

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-305833

(43)Date of publication of application : 01.11.1994

(51)Int.Cl.

C04B 35/52

(21)Application number : 05-119289

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 23.04.1993

(72)Inventor : YAMAMURA AKIHIKO
WAKABAYASHI TOSHIYOSHI

(54) SINTERED DIAMOND HAVING HIGH HARDNESS AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To prevent the cracking of diamond and falling off of diamond particles and obtain a sintered material for a die suitable for the production of a large-diameter high-strength wire by controlling the difference of the bonding phase composition and the ratio of iron-group metal in a sintered material composed of a bonding phase of diamond and iron-group metal, etc.

CONSTITUTION: A bonding phase component consisting of an iron-group metal and/or a eutectic composition consisting of an iron-group metal and a carbide of group 4A, 5A or 6A element of the periodic table is prepared beforehand. The bonding phase component is uniformly mixed with diamond constituting the main component and the mixture is sintered at a high temperature under a high pressure to convert the diamond to a thermodynamically stable state. The bonding phase composition difference in the sintered material is suppressed to $\leq 5\%$ and the composition of the sintered material is uniformized from the circumferential part to the core part. The ratio of the iron-group metal in the sintered material is adjusted to 1-30vol.% (based on diamond).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-305833

(43)公開日 平成6年(1994)11月1日

(51)Int.Cl.⁵

C 0 4 B 35/52

識別記号

3 0 1 D

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数12 F D (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平5-119289

(22)出願日 平成5年(1993)4月23日

(71)出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72)発明者 山村 明彦

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友

電気工業株式会社伊丹製作所内

(72)発明者 若林 俊嘉

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友

電気工業株式会社伊丹製作所内

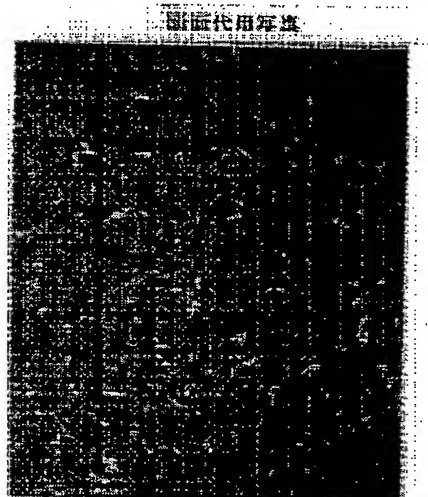
(74)代理人 弁理士 内田 明 (外2名)

(54)【発明の名称】 高硬度ダイヤモンド焼結体およびその製法

(57)【要約】

【目的】 高硬度ダイヤモンド焼結体及びその製法を提供する。

【構成】 ダイヤモンドを主成分とし、結合相中に鉄族金属の1種以上及び／または鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成成分の1種以上を含有してなる焼結体であって、該結合相が焼結体の外周部から中心部まで均一な組成を有することを特徴とする。ダイヤモンド粉末を主成分とし、鉄族金属の1種以上及び／または鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素から選ばれる1種以上の炭化物との共晶組成を有する成分の1種以上を均一に混合して焼結体原料とし、該焼結体原料をダイヤモンドが熱力学的に安定な高温高压状態に保持することにより製造する。太線用、高硬度用に適用可能なダイス素材、切削・耐摩部品に適用できる。



(×400)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ダイヤモンドを主成分とし、結合相中に鉄族金属の1種以上及び／または鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成成分の1種以上を含有してなる焼結体であって、該結合相が焼結体の外周部から中心部まで均一な組成を有することを特徴とする高硬度ダイヤモンド焼結体。

【請求項2】 当該焼結体内の結合相組成差が5%以下であることを特徴とする請求項1記載の高硬度ダイヤモンド焼結体。

【請求項3】 当該焼結体内の鉄族金属の割合がダイヤモンドに対して1～30体積%である請求項1または請求項2に記載の高硬度ダイヤモンド焼結体。

【請求項4】 ダイヤモンドを主成分とし、結合相中に鉄族金属の1種以上及び／または鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成成分の1種以上を含有してなり、且つ該結合相が焼結体の外周部から中心部まで均一な組成を有する焼結体の一部または全部を、上記結合相中の鉄族金属の1種以上と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成成分の1種以上からなる超硬合金で保持してなる高硬度ダイヤモンド焼結体。

【請求項5】 請求項1に記載される高硬度ダイヤモンド焼結体からなることを特徴とする伸線ダイス用の高硬度ダイヤモンド焼結体。

【請求項6】 請求項4に記載される高硬度ダイヤモンド焼結体からなることを特徴とする伸線ダイス用の高硬度ダイヤモンド焼結体。

【請求項7】 (1) ダイヤモンドを主成分とし、結合相中に鉄族金属の1種以上及び／または鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成成分の1種以上を含有してなり、該結合相が焼結体の外周部から中心部まで均一な組成を有する焼結体、および(2) 上記結合相中の鉄族金属の1種以上と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成成分の1種以上を有する超硬合金、の複合体から成ることを特徴とする切削、耐摩製品用の高硬度ダイヤモンド焼結体。

【請求項8】 ダイヤモンド粉末を主成分とし、鉄族金属の1種以上及び／または鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成を有する成分の1種以上を均一に混合して焼結体原料とし、該焼結体原料をダイヤモンドが熱力学的に安定な高温高压状態に保持することを特徴とする高硬度ダイヤモンド焼結体の製法。

【請求項9】 上記焼結体原料がダイヤモンド粉末並びに鉄族金属の1種以上と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶粉末及び

／または鉄族金属の酸化物粉末を含有するものであることを特徴とする請求項8記載の高硬度ダイヤモンド焼結体の製法。

【請求項10】 上記焼結体原料のうちの、鉄族金属の1種以上及び／または鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成を有する成分の1種以上を原料ダイヤモンド粉末より微粒にして当該ダイヤモンド粉末に混入することを特徴とする請求項8または請求項9記載の高硬度ダイヤモンド焼結体の製法。

【請求項11】 上記焼結体原料のうちの、鉄族金属の1種以上及び／または鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成を有する成分の1種以上が原料ダイヤモンド粉末より微粒に粉砕可能である程度に硬質であることを特徴とする請求項8ないし請求項10記載の高硬度ダイヤモンド焼結体の製法。

【請求項12】 鉄族金属の酸化物の1種以上を原料として混入した後、得られた焼結体原料を還元処理することにより当該鉄族金属の1種以上を焼結体原料中に均一に分散させることを特徴とする請求項8ないし請求項11記載の高硬度ダイヤモンド焼結体の製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は高硬度ダイヤモンド焼結体およびその製法に関し、本発明は大型の高硬度ダイヤモンド焼結体、あるいは微粒原料を用いた高硬度ダイヤモンド焼結体の製造に好適であるので、太線用もしくは高硬線用にも適用できるダイス素材、切削、耐摩製品として有利に利用できる。

【0002】

【従来の技術】 銅線、アルミ線、ステンレス線等の金属線、もしくは銅パイプ、アルミパイプ、ステンレスパイプ等の金属パイプを伸線する場合には線引きダイスが、または撚り線した線材を圧縮する場合には圧縮ダイスが使用される。この種のダイス素材としては、図1に示すようなダイヤモンド焼結体(1)の円周外周を超硬合金(2)で支持包囲されたダイス素材用複合焼結体があり、例えば特開昭50-26746号公報や米国特許第3,831,428号明細書には超硬合金(2)としてWC, TiCとFe, Ni, Coからなる超硬合金を用いた例が、また特開昭54-133467号公報や特開昭62-16725号公報には(Mo, W)C-C合金で包囲支持されたダイヤモンド焼結体が知られている。また、米国特許第4,303,442号明細書には、超硬合金やサーメットで保持されていないダイヤモンド焼結体単体から成る線引きダイス用素材が開示されている。さらに実開平3-81211号公報には、図7及び図8に示されるダイヤモンド焼結体と包囲支持超硬合金との複合形態の異なるダイス素材用複合焼結体が記載されて

いる。またさらに、特開平2-36552号公報にはこれらを改良した技術が提案されているが、いずれも高圧反応セル中において、原料となるダイヤモンド粒子の周囲の金属炭化物環（金属カーバイト環）またはシリンダーもしくは上下方向に投入した金属円盤からC oの如き触媒金属を溶浸させる製法（以下溶浸法という）が採用されている。このようなダイヤモンド焼結体の伸線ダイス素材は、銅線、アルミ線等の柔らかい金属の伸線に広く利用され、従来の超硬ダイスに比べて数十倍の寿命が得られていた。更に最近では、焼結ダイヤモンドダイス素材が、ステンレス線、高炭素鋼線等の高抗張力線の伸線に使用され、従来の天然ダイヤモンドダイスより高い寿命を示している。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記のダイヤモンド焼結体ではダイス割れやダイヤモンド粒子の脱落が多く、トラブルの発生頻度が高いため、高硬線分野でのダイヤモンド焼結体ダイスへの置き換えは進んでいないのが現状である。また、より太い線材およびパイプ材の伸線にも焼結ダイヤモンドダイスが使われ始めているが、上記した従来の技術では大型の伸線ダイス用ダイヤモンド焼結体を得ることは困難であり、従来の技術範囲で得られた多くの伸線ダイス用ダイヤモンド焼結体では、太径の高抗張力線の伸線や伸線スピードの早い分野での使用には適するものではなかった。本発明は従来技術におけるこの種の問題点を解消し、より高硬度の伸線ダイス用焼結体、およびより大型のダイヤモンド焼結体、およびそれらの製造方法を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明はダイヤモンドを主成分とし、結合相中に鉄族金属の1種以上及び／または鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成成分の1種以上を含有してなる焼結体であって、該結合相が焼結体の外周部から中心部まで均一な組成を有することを特徴とする高硬度ダイヤモンド焼結体を提供する。本発明の高硬度ダイヤモンド焼結体において、当該焼結体内の結合相組成差が5%以下であるものを特に好ましい実施態様として挙げることができる。また、当該焼結体内の鉄族金属の割合がダイヤモンドに対して1~30体積%であるものが特に好ましい。さらに本発明は、ダイヤモンドを主成分とし、結合相中に鉄族金属の1種以上及び／または鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成成分の1種以上を含有してなり、且つ該結合相が焼結体の外周部から中心部まで均一な組成を有する焼結体の一部または全部を、上記結合相中の鉄族金属の1種以上と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成の1種以上を有する超硬合金で保持してな

るか、該超硬合金との複合体である高硬度ダイヤモンド焼結体を提供する。このような本発明による高硬度ダイヤモンド焼結体は伸線ダイス用、あるいは切削、耐摩製品用の高硬度ダイヤモンド焼結体として非常に優れた性能を有する。本発明はまた、上記高硬度ダイヤモンド焼結体の製法に関するものであり、ダイヤモンド粉末を主成分とし、鉄族金属の1種以上及び／または鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶組成成分の1種以上を均一に混合して焼結体原料とし、該焼結体原料をダイヤモンドが熱力学的に安定な高温高圧状態に保持することを特徴とする。上記焼結体原料としては、ダイヤモンド粉末、鉄族金属の1種以上と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物から選ばれる1種以上との共晶粉末、及び／または該鉄族金属の酸化物粉末を含有するものを特に好ましい実施態様として挙げることができる。上記焼結体原料のうちの、鉄族金属の1種以上並びに該鉄族金属と周期律表の4A、5A及び6A族元素の炭化物との共晶組成の1種以上を原料ダイヤモンド粉末より微粒にして当該ダイヤモンド粉末に混入することが特に好ましい。さらには、鉄族金属の酸化物の1種以上を原料として混入した後、得られた焼結体原料を還元処理することにより当該鉄族金属を焼結体原料中に均一に分散させることが特に好ましい。

【0005】

【作用】本発明者等は、従来の技術に従い作成した伸線ダイス用ダイヤモンド焼結体の不具合点を詳細に調査した結果、従来の技術ではダイヤモンド焼結体の原料粒子径が小さくなるに従って、また製造するダイヤモンド焼結体径が大型になるに従って、ダイヤモンドの結合相中の組成分布に差が生じるという知見を得た。両者に共通していることは、いずれも外周ならびに上下方向から金属成分が中心部まで溶浸し難いということが挙げられる。即ち、大型焼結体では溶浸距離が長く、微粒原料を用いた焼結体では溶浸通路となる粒子間隔が狭いため、工業的に有為な時間内に均一な組成分布にならないということである。これらのことから溶浸法では中心部まで溶媒金属などが到達しづらいことにより、組成分布に差が生じているものと考えられる。また微粒原料では、原料粒子同士が凝集し易いことも、組成分布の差の原因と考えられる。組成分布が均一で、微粒を原料とするダイヤモンド焼結体もしくは大型のダイヤモンド焼結体を得るためには、原料となるダイヤモンド粉末中に鉄族金属酸化物及び／または鉄族金属と4A、5A、6A元素の炭化物との共晶組成を有する物質を焼結体原料として予めダイヤモンド粉末中に混入せしめる方法が有力であることを発見し、本発明に到達した。

【0006】本発明において、ダイヤモンドに混入せしめる金属は、従来よりダイヤモンドの焼結に有効であることが知られているC o、F e、N i等の鉄族金属、こ

これらの合金が有効である。ところで、本発明では0.1 μm ~100 μm のダイヤモンド粉末を原料として用いることができるが、原料のダイヤモンド粉末が0.1~10 μm の微粒ダイヤモンド粉末の場合には、鉄族金属もしくはこれら鉄族金属の合金(両者をまとめて「鉄族金属等」という)をダイヤモンド微粒粉末中に均一に分散することは難しく、図5の焼結体組織の図面代用写真(400倍、金属顕微鏡写真)に示すように、該鉄族金属成分及び/または該鉄族金属炭化物の凝集体である金属プールの焼結体中に形成される場合がある。このような金属プール形成は高硬度焼結体素材の性能劣化の原因となり得る。この金属プールが形成される原因としては、該鉄族金属等が展性に富み、混合中に凝集が起こることが考えられる。これを防ぐためには、より高硬度の金属成分を混入せしめることが重要であるとわかった。また、これらの混入させる高硬度金属成分は原料ダイヤモンド粉末より微粒にして混入することが好ましい。

【0007】従って本発明では、主成分であるダイヤモンド粉末に混入せしめる金属成分が、アトライター、ボールミル、シェーカーミキサー、ライカイ機等による粉碎過程で、該原料ダイヤモンド粉末よりも微粒に粉碎されることが可能な程度に硬質であることが好ましい。この条件を満たすものとして(1)鉄族金属等を酸化物状態で混合した後還元処理する、(2)鉄族金属と4A、5A、6A族元素の炭化物との共晶組成を有する物質、例えば共晶合金を混入せしめる、の(1)及び/または(2)が挙げられる。本発明に用いられる鉄族金属酸化物としては、例えば酸化コバルト(CoO)、(Co_3O_4)、酸化ニッケル(NiO)等が挙げられる。また4A、5A、6A族元素炭化物として例えば、W、Mo、Ta、Hf、Ti、Zr等の炭化物を挙げることができ、4A、5A、6A族元素の炭化物と鉄族金属との共晶組成としては例えば、 WC-Co 、 Mo-Co 、 WC-Ni 等が挙げられる。本発明に用いられる鉄族金属酸化物あるいは4A、5A、6A族元素の炭化物を固溶した共晶合金は硬く脆いために破砕性に富み、アトライター、ボールミルシェーカーミキサー、ライカイ機等の粉碎機にて、容易に0.1~数 μm の粒子に粉碎可能であり、ダイヤモンド粉末より細かくすることができる。結合相中の鉄族金属量(共晶成分中のものを含む)は、該焼結体のダイヤモンドに対し1~30体積%であることが望ましい。1%未満ではダイヤモンド粒子間に金属成分がゆきわたらず、工業的に有為な時間内での焼結が不可能である。また30体積%を越えると結合相中の金属量が多くなり、ダイヤモンド焼結体として有為な高硬度が得られないため不都合である。

【0008】本発明に用いるダイヤモンド粉末としては、粒度0.1~100 μm で、不純物含有量が3重量%以下の天然もしくは合成ダイヤモンドパウダーを使用する。焼結体原料とする原料ダイヤモンド粉末と、その

他の成分との割合については、焼結体全重量に対しその他成分が5~30重量%の範囲にあることが望ましい。

【0009】本発明では、該鉄族金属酸化物及び/または該鉄族金属と該4A、5A、6A族元素炭化物の共晶合金とを、ダイヤモンド原料粉末中に混合、粉碎した焼結体原料、あるいは鉄族金属酸化物を用いた場合には混合、粉碎した焼結体原料に次いで還元処理を行って得た粉末を、所定寸法のカプセルに充填し、ダイヤモンドが熱力学的に安定な温度、圧力を発生しうる公知の超高温高温装置中に所定時間保持する。該カプセルとしては、公知の WC-Co 合金や、 MoC-Ni 合金を用いるが、その含有する金属成分が原料粉末に混入せしめる金属成分と同種の成分であることが望ましい。即ち、原料粉末とカプセルの金属成分が異なると焼結過程でカプセルからの物質移動が起こり、得られる焼結体が均一組成にならない可能性があるからである。以上のように構成された本発明により、より高硬度の伸線ダイス用ダイヤモンド焼結体、およびより大型のダイヤモンド焼結体の作製が可能となった。

【0010】すなわち、本発明では原料となるダイヤモンド粒子中に、鉄族金属、4A、5A及び6A族元素から選ばれる金属元素の炭化物と鉄族金属との共晶組成成分を混入せしめることを特徴とする。溶媒金属である鉄族金属と該金属元素炭化物とを共晶組成で混入せしめることにより、高硬度焼結体の製造過程において、①液相が容易に出現する、②混合が容易であり均一に分散する、③金属組成中に炭化物の存在していることにより、ダイヤモンドの溶解再析出を制御する、④昇温過程の早い時期に液相が出現し、ダイヤモンドが再配列を起こすことにより、より緻密な焼結体が得られる、の①~④等の作用がある。

【0011】これら鉄族金属成分並びに4A、5A及び6A族金属元素の炭化物、およびそれらの酸化物、もしくは共晶成分の混入には、以下の効果が考えられる。

1) 混合が容易であり均一に分散するのでダイヤモンド粉末に隣接して液相の出現する溶媒金属が存在するため、溶浸距離が0となり、焼結体中の組成分布が均一になる。

2) 鉄族金属と4A、5A、6A族元素炭化物との共晶組成を形成せしめることにより、溶媒の融点が下がり、昇温過程の早い時期に液相が容易に出現して液相成分とダイヤモンドとの濡れ性が向上し、焼結体中の組成分布がより均一になると同時に、粒子の再配列が促進される。昇温過程の早い時期に液相が出現し、ダイヤモンドが再配列を起こすことにより、焼結条件が同じならばより強固な結合を可能にする為、より緻密な焼結体が得られる。また、より低温で短時間での焼結により従来の結合強度へ到達する。

3) 外周金属カーバイト環で保持した場合、本発明では溶浸しなくても焼結可能であるため金属カーバイト環か

らの溶浸が抑制できて、金属カーバイド環の変質による強度低下が防止でき、焼結ダイヤモンドダイスの保持力（保持強度）が向上する。

4) 微粒ダイヤモンドの周りにより微粒の金属成分を均一に分散せしめることにより、ダイヤモンド粒子同士の凝集を分離し、特に微粒焼結体の組成分布を均一にする。

5) ダイヤモンド焼結体組織中に金属炭化物が均一に分散することにより、特に微粒焼結体での発生頻度が高い異常粒成長が抑制される。金属組成中に炭化物の存在していることにより、ダイヤモンドの溶解再析出を制御する。

6) 前記5)の異常粒成長抑制効果は、特に炭化物を生成し易い該金属炭化物での効果大きい。この効果は炭化物生成自由エネルギーに左右される。

7) 外周金属カーバイドからの溶媒移動が少ないため、ダイヤモンド焼結体と金属カーバイド界面でのダイヤモンド粒子の溶解量が少なくなり、再析出による異常粒成長発生頻度が小さくなる。

【0012】以上のようにして製造される本発明による高硬度ダイヤモンド焼結体は、ダイヤモンドを主成分とする高硬度焼結体で、ダイヤモンド焼結体の結合相中においてNi、Co、Fe等の鉄族金属の1種以上及び／または周期律表中の4A、5A、6A族から選ばれた金属元素の炭化物との共晶組成成分の1種以上とを有する。共晶組成成分としての鉄族金属を含めた鉄族金属の総量は焼結体中1〜30体積%であることが好ましい。本発明の焼結体ダイヤモンドにおけるダイヤモンドの存在割合は70〜95体積%であることが好ましい。従って本発明の高硬度ダイヤモンド焼結体としては、粒径0.1〜100 μ mのダイヤモンド粉末を70〜95体積%含有し、上記で説明した結合相を30〜5体積%含有した、超高温高温下のダイヤモンドが熱力学的に安定な領域で焼結されたダイヤモンド焼結体であるような焼結体が挙げられる。

【0013】本発明を用いることにより、超硬もしくはサーメットからなる補強材近傍と、伸線ダイス用ダイヤモンド焼結体中心部との結合相組成差が5%以下であるダイヤモンド焼結体であってその体積が3000mm³以上という大型の伸線ダイス用焼結体が得られた。

【0014】伸線用ダイヤモンド焼結体素材としての形状は、図6〜図8の如き形状の他、公知の全ての形状に適用できるが、ダイヤモンド焼結体の全体もしくは一部に超硬もしくはサーメットの補強を行う場合、補強用の超硬もしくはサーメットは、当該ダイヤモンド焼結体中に含まれている共晶組成結合相を形成している鉄族金属と同じ成分を含有していることが望ましい。

【0015】

【実施例】以下、本発明を実施例を挙げて説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【実施例1】粒径が20〜30 μ mのダイヤモンドパウダーに、Co量にして10重量%の粒度10〜50 μ mのWC-Co共晶粉末を混合して、 ϕ 6mm超硬ボールを入れたボールミル内で混合、粉碎した後、真空炉中1100℃、30分間吸着ガスの脱ガス処理を行った。この混合粉末をWC-15重量%Co合金で外径47mm ϕ 、内径28mm ϕ 、高さ30mmの焼結体中に充填し、上下に上記組成のWC-Co合金を置いた。このものをダイヤモンド合成に使われる超高温高温装置を用いて、まず50Kbに昇圧後、通電を開始し、1400℃まで昇温し60分間保持した。降温降圧後試料を取り出して、該上下のWC-Co板を除去したところ、径28mm ϕ 、厚み20mmの伸線ダイス用ダイヤモンド焼結体を得られた。該ダイヤモンド焼結体は結合相組成差が5%以内に収まっていた。このダイヤモンド焼結体を研磨して冶金学的結合組織を調べたところ、このものは全体が均一な結合体組織を示していた。図1に得られたダイヤモンド焼結体の組織の図面代用の金属顕微鏡写真（400倍）を示す。このダイヤモンド焼結体を用いて、内径18mm ϕ のダイスに仕上げ、捻り線工程の圧縮ダイスとして用いたところ、従来の超硬ダイスに比べて50倍の寿命を示した。

【0016】【実施例2】粒径が2〜4 μ mのダイヤモンドパウダーに、Co量にして5重量%の粒径1 μ m以下の超微粒酸化コバルトおよび2重量%のMo-C-Co共晶粉末をライカイ機にて混合、粉碎した後、真空炉中1300℃、30分間、還元処理を行った。この混合粉末をWC-15重量%Co合金で外径8.0mm ϕ 、内径4mm ϕ の焼結体中に充填し、上下に上記組成のWC-Co合金を置いた。このものを実施例1と同じ装置を用い同条件で昇温昇圧し20分間保持した。降温降圧後、上下のWC-Co板を除去したところ、径4mm ϕ 、厚み3mmの伸線ダイス用ダイヤモンド焼結体を得られた。該ダイヤモンド焼結体は結合相組成差が5%以内に収まっていた。このダイヤモンド焼結体を研磨して冶金学的結合組織を調べた。図2に得られたダイヤモンド焼結体の組織の図面代用の金属顕微鏡写真（400倍）を示す。全体が均一な結合体組織を示し、異常粒成長も見られなかった。この伸線ダイス用ダイヤモンド焼結体を用いて、内径1.5mm ϕ のダイスに仕上げ、溶接線の伸線を行ったところ、従来の焼結ダイヤモンドダイスの1.5〜2倍の寿命を示した。

【0017】【実施例3】粒径が0.5〜2 μ mのダイヤモンドパウダーに、Co量にして10重量%の超微粒酸化コバルト粉末をライカイ機にて混合、粉碎した後、実施例1と同条件で還元処理を行った。この混合粉末をWC-15重量%Coで外径8.0mm ϕ 、内径4mm ϕ の焼結体中に充填し、上下に上記組成のWC-Co合金を置いた。このものを実施例1と同じ装置を用い同条件で昇温昇圧し20分間保持した。降温降圧後、上下の

WC-C₆板を除去したところ、径4mmφ、厚み3mmの伸線ダイス用ダイヤモンド焼結体が得られた。該ダイヤモンド焼結体は結合相組成差が5%以内に収まっていた。このダイヤモンド焼結体を研磨して冶金学的結合組織を調べた。図3に得られたダイヤモンド焼結体の組織の図面代用金属顕微鏡写真(400倍)を示す。全体が均一な結合体組織を示していた。比較例として実施例3と同一粒度のダイヤモンド粉末を原料として、従来の溶浸法で作製した。これにより得られた焼結体の結合組織の図面代用金属顕微鏡写真(100倍)を図4に示すが、この場合には異常粒成長が見られる。一方図3の実施例3によるダイヤモンド焼結体にはこのような異常粒成長は見られない。

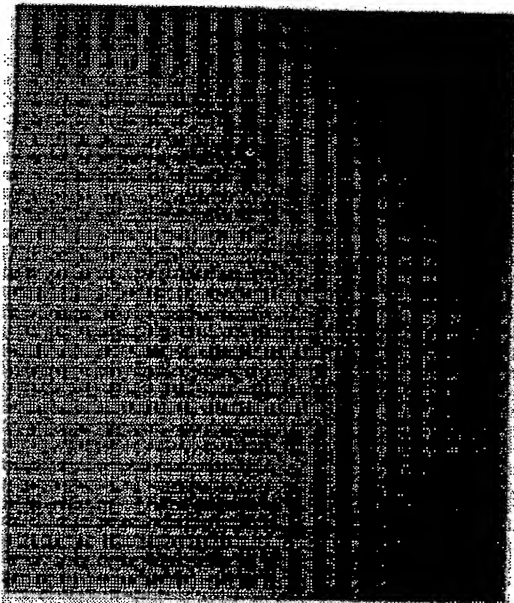
【0018】

【発明の効果】本発明は大型のダイヤモンド焼結体を必要とする分野、例えば太径の線材、パイプ材の伸線や撚り線に利用される、厚みが要求される伸線ダイス用ダイヤモンド焼結体の製造、および従来よりも微粒で高硬度のダイヤモンド焼結体を必要とする分野、例えばステンレス線、溶接線等のより高硬度の線材やより線肌の綺麗な細線を伸線するための伸線ダイス用ダイヤモンド焼結体や、より刃先の鋭い切削加工用ダイヤモンド焼結体工具の製造等の分野に利用して非常に効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】は本発明の実施例1で得られたダイヤモンド焼結体の組織を示す図面に代わる顕微鏡写真(400倍)

【図3】



図面代用写真

(×400)

写真

である。

【図2】は本発明の実施例2で得られたダイヤモンド焼結体の組織を示す図面に代わる顕微鏡写真(400倍)である。

【図3】は本発明の実施例1で得られたダイヤモンド焼結体の組織を示す図面に代わる顕微鏡写真(400倍)である。

【図4】は従来法による比較例で得られたダイヤモンド焼結体の組織を示す図面に代わる顕微鏡写真(100倍)である。

【図5】はダイヤモンド粉末に金属成分をそのまま混入した原料から得られたダイヤモンド焼結体の組織を示す図面に代わる顕微鏡写真(400倍)である。

【図6】は従来法および本発明の伸線ダイス用ダイヤモンド複合焼結体の一具体例を示す図であり、(a)は上面図、(b)は断面図である。

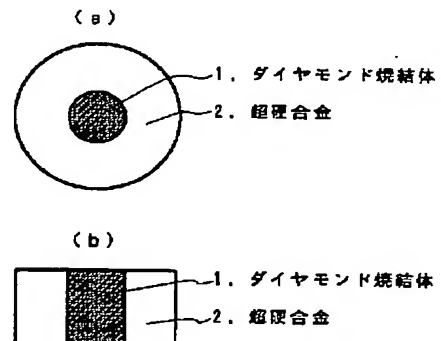
【図7】は従来法および本発明の伸線ダイス用ダイヤモンド複合焼結体の他の具体例を示す図であり、(a)は上面図、(b)は断面図である。

【図8】は従来法および本発明の伸線ダイス用ダイヤモンド複合焼結体の他の具体例を示す図であり、(a)は上面図、(b)は断面図である。

【符号の説明】

- 1 ダイヤモンド焼結体
- 2 超硬合金

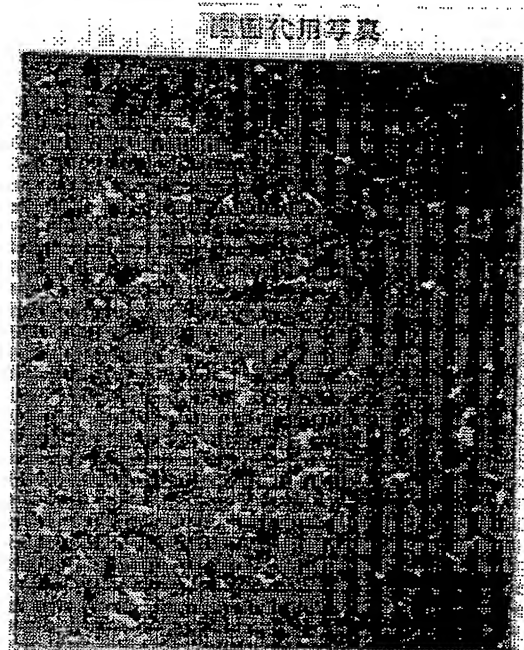
【図6】



(7)

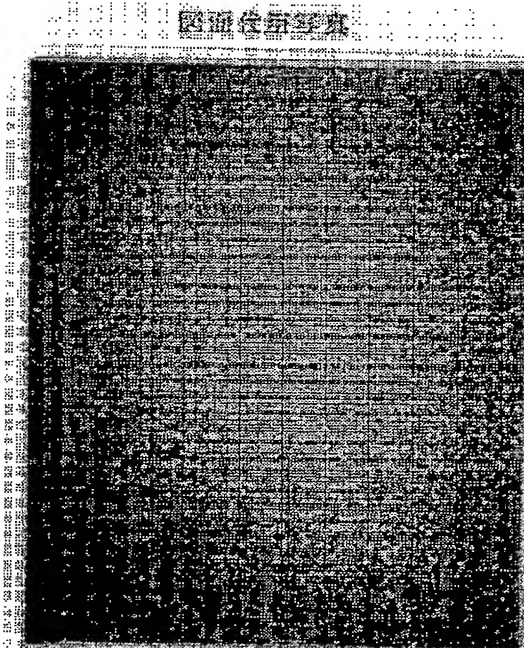
特開平6-305833

【図1】



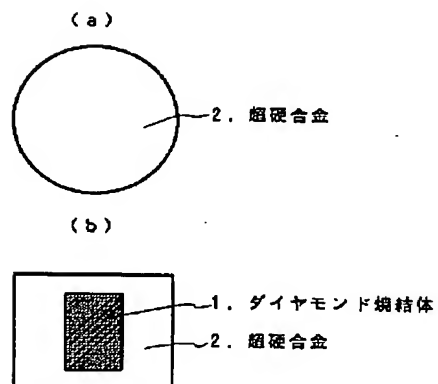
(×400)

【図2】



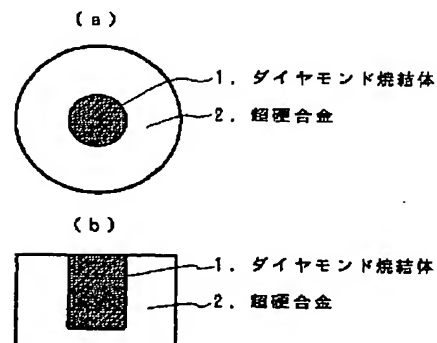
(×400)

【図7】



【図8】

写真



写真

(8)

特開平6-305833

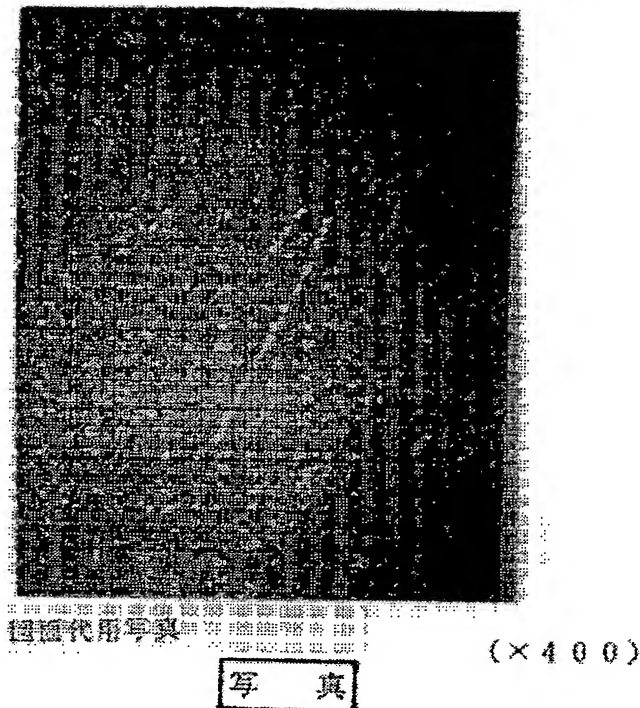
【図4】



写真

(×100)

【図5】



【手続補正書】

【提出日】平成5年10月13日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】図面の簡単な説明

【補正方法】変更

【補正内容】

【図面の簡単な説明】

【図1】は本発明の実施例1で得られたダイヤモンド焼結体の粒子構造を示す図面に代わる顕微鏡写真(400倍)である。

【図2】は本発明の実施例2で得られたダイヤモンド焼結体の粒子構造を示す図面に代わる顕微鏡写真(400倍)である。

【図3】は本発明の実施例1で得られたダイヤモンド焼結体の粒子構造を示す図面に代わる顕微鏡写真(400倍)である。

【図4】は従来法による比較例で得られたダイヤモンド

焼結体の粒子構造を示す図面に代わる顕微鏡写真(100倍)である。

【図5】はダイヤモンド粉末に金属成分をそのまま混入した原料から得られたダイヤモンド焼結体の粒子構造を示す図面に代わる顕微鏡写真(400倍)である。

【図6】は従来法および本発明の伸線ダイス用ダイヤモンド複合焼結体の一具体例を示す図であり、(a)は上面図、(b)は断面図である。

【図7】は従来法および本発明の伸線ダイス用ダイヤモンド複合焼結体の他の具体例を示す図であり、(a)は上面図、(b)は断面図である。

【図8】は従来法および本発明の伸線ダイス用ダイヤモンド複合焼結体の他の具体例を示す図であり、(a)は上面図、(b)は断面図である。

【符号の説明】

- 1 ダイヤモンド焼結体
- 2 超硬合金